

## BEST AVAILABLE COPY

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

AL

(11)Publication number : 57-088455

(43)Date of publication of application : 02.06.1982

(51)Int.Cl.

G03G 5/04

G09B 57/02

G03G 5/05

(21)Application number : 55-165066

(71)Applicant :

CANON INC  
COPYER CO LTD

(22)Date of filing : 22.11.1980

(72)Inventor :

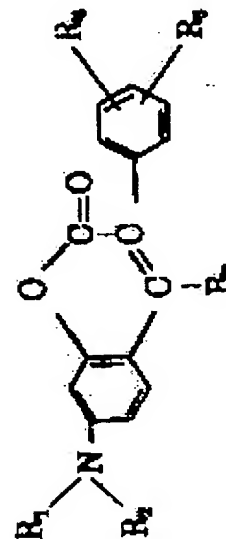
TAKASU YOSHIO  
SAKAI KIYOSHI  
ISHIKAWA SHOZO  
MABUCHI MINORU

## (54) ELECTROPHOTOGRAPHIC RECEPTOR

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a laminate electrophotographic receptor superior in sensitivity and durability against repeated uses, by adding a specified coumarone compound to a charge transfer layer.

CONSTITUTION: A charge transfer layer contains 100pts.wt. binder and 10W 500pts.wt. coumarone compound as a charge transfer substance represented by the formula in which R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> are optionally substituted alkyl or aryl, and the two may form a 5- or 6-membered ring together with N; R<sub>3</sub> is H or optionally substituted alkyl or aryl; and R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub> are each H, halogen, or the following optionally substituted group; alkyl, alkoxy, aryloxy, acyl, or amino. A photoreceptor is formed by laminating this charge transfer layer and a charge generating layer. The charge generating layer may be formed with an organic charge generating substance or an amorphous silicon layer. The obtained photoreceptor has high photosensitivity and superior durability characteristics against repeated uses.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

AL

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-88455

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
G 03 G 5/04  
C 09 B 57/02  
G 03 G 5/05

識別記号  
1 1 2

庁内整理番号  
6773-2H  
6464-4H  
6773-2H

④ 公開 昭和57年(1982)6月2日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 8 頁)

## ⑭ 電子写真感光体

三鷹市下連雀6丁目3番3号コ  
ピア株式会社内

① 特 願 昭55-165066

② 発 明 者 馬淵稔

② 出 願 昭55(1980)11月22日

三鷹市下連雀6丁目3番3号コ  
ピア株式会社内

② 発 明 者 高須義雄

東京都大田区下丸子3丁目30番  
2号キャノン株式会社内

① 出 願 人 キヤノン株式会社

② 発 明 者 酒井清志

三鷹市下連雀6丁目3番3号コ  
ピア株式会社内

① 出 願 人 コピア株式会社

② 発 明 者 石川昌三

三鷹市下連雀6丁目3番3号

④ 代 理 人 弁理士 丸島儀一

## 明 細 書

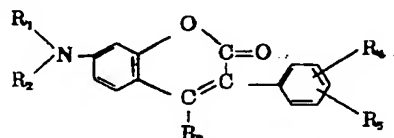
## 1. 発明の名称

電子写真感光体

## 2. 特許請求の範囲

導電性支持体上に電荷発生層と電荷輸送層の積層構造からなる感光層を設けた電子写真感光体において、前記電荷輸送層が下記一般式(I)で示されるクマリン化合物を含有することを特徴とする電子写真感光体。

一般式(I)



(式中、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は、置換若しくは非置換のアルキル基、置換若しくは非置換のアリール基または窒素原子とともに5員若しくは6員環を完成するのに必要な原子群を示す。R<sub>3</sub>は、水素原子、置換若しくは非置換のアルキル基または置換若しくは非置換のアリール基を示す。R<sub>4</sub>およびR<sub>5</sub>は、水素原子、ハロゲン原子

置換若しくは非置換のアルキル基、アルコキシ基、置換若しくは非置換のアリールオキシ基、置換若しくは非置換のアシル基または置換若しくは非置換のアミノ基を示す。)

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は、電荷発生層と電荷輸送層の積層構造からなる感光層を設けた電子写真感光体に関するもので、詳しくは感度および繰り返し耐久特性が改善された電子写真感光体に関するものである。

従来、電子写真感光体で用いる光導電性材料として、セレン、硫化カドミウム、酸化亜鉛などが知られている。これらの光導電性材料は、多くの利点例えば暗所で適当な電位に帯電できること、暗所で電荷の逸散が少ないこと、光照射によつて速かに電荷を逸散できるなどの利点をもっている反面、無定形セレンなどのごく一部のものを除いては、それ自身では成膜性がなく、しかもその表面に与えられた電荷に対する保持力に乏しい欠点を有している。

このようなことから、近年感光層を電荷発生層と電荷輸送層に機能分離させた積層構造体が提案された。この積層構造を感光層とした電子写真感光体は、可視光に対する感度、電荷保持力、表面強度などの点で改善できる様になつた。この様な電子写真感光体は、例えば特開昭49-105537号、特開昭51-90827号、米国特許第3484237号、米国特許第3871882号各公報などに開示されている。

これまで、前述の電荷発生層と電荷輸送層に機能分離した積層構造からなる感光層を備えた電子写真感光体の電荷輸送層に、例えば2-アザ-9-フルオレンン(特開昭48-71236号公報参照)、トリアリルピラゾリン(特開昭49-105536号公報参照)、ビス(P-ジアルキルアミノフェニル)フエニル(特開昭50-31773号公報参照)、N-アクリルアミドメチルカルベゾールの重合体(特開昭50-85337号公報参照)、6-ビニルインドロ(2,3-6)キノキサリンポリマー(特開昭50-93432

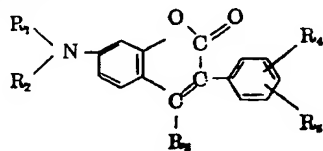
号公報参照)、2,6-ビススチリルピリジン(特開昭51-94828号公報参照)、スピローピラゾリン(特開昭54-112637号公報参照)、N-(P-ジアルキルアミノフェニル)カルバゾール(特開昭54-119925号公報参照)2,5-ビス(P-ジアルキルアミノフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール(特開昭54-121742号公報参照)、ビス(P-ジアルキルアミノフェニル)アルカン(特開昭55-17105号公報参照)、ビス(P-ジアルキルアミノフェニル)-キノリノールアルカン(特開昭55-108667号公報参照)などを含有させることが知られている。

しかし、これらの化合物を電荷輸送層に用いた電子写真感光体では、未だに十分に満足できる感度が得られず、しかも繰り返し帯電および露光を行なつた際には表面電位の変動、特に繰り返し露光および帯電を行なつた時に、明部電位の増加と暗部電位の低下を惹き起こしてしまうなどの不利がある。

本発明の目的は、前述の欠点若しくは不利を解消しうる新規な電子写真感光体を提供することにある。

本発明のかかる目的は、電荷輸送層として下記一般式(I)で示されるクマリン化合物を含有させることにより達成される。

一般式(I)



式中、 $R_1$ および $R_2$ は、置換若しくは非置換のアルキル基(例えば、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、 $iso$ -プロピル基、 $n$ -ブチル基、 $t$ -ブチル基、 $n$ -ヘキシル基、シクロヘキシル基、 $n$ -オクチル基、 $t$ -オクチル基、 $n$ -デシル基、 $n$ -オクタデシル基、ベンジル基、 $p$ -クロロベンジル基、アリル基、ビニルメチル基など)、置換若しくは非置換のアリール基(例えば、フェニル基、トリル基、キシリル基、

クロロフェニル基、ジクロロフェニル基など)または窒素原子とともに5員若しくは6員環(例えば、モルホリン環、ピペリジン環、ピロリジン環など)を完成するに必要な原子群を示す。

$R_3$ は、水素原子、置換若しくは非置換のアルキル基(例えば、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、 $n$ -オクチル基、 $t$ -ブチル基、 $t$ -オクチル基、ベンジル基、アリル基など)または置換若しくは非置換のアリール基(フェニル基、トリル基、キシリル基、クロロフェニル基など)を示す。 $R_4$ および $R_5$ は、水素原子、ハロゲン原子(例えば、塩素原子、臭素原子、フッ素原子など)、アルコキシ基(例えば、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基など)またはそれぞれ置換基を有してもよいアルキル基(例えば、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、 $n$ -オクチル基、 $t$ -ブチル基、 $t$ -オクチル基、ベンジル基、アリル基など)若しくはアミノ基(例えばアミノ基、 $N,N$ -ジ

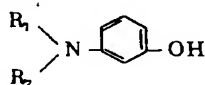
メチルアミノ基、N,N-ジエチルアミノ基、N-メチル-N-エチルアミノ基、N,N-ジプロピルアミノ基、アセチルアミノ基、ベンゾイルアミノ基など)、アリールオキシ基(例えば、フェノキシ基、メチルフェノキシ基、クロロフェノキシ基、ジメチルフェノキシ基、アセチルアミノフェノキシ基など)若しくはアシル基(例えば、アセチル基、プロピオニル基、ベンゾイル基、メチルベンゾイル基、クロロベンゾイル基、ジメチルベンゾイル基など)を示す。

前記一般式(I)で示されるクマリン化合物の具体例を下記に列举する。

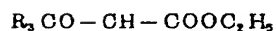
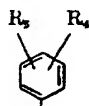
#### 化合物例

- (1): 3-フェニル-7-(4-N,N-ジメチルアミノ)クマリン  
 (2): 3-フェニル-7-(4-N,N-ジエチルアミノ)クマリン  
 (3): 3-フェニル-7-(4-N,N-ジブチルアミノ)クマリン  
 (4): 3-フェニル-7-モルホリノクマリン  
 (5): 3-フェニル-7-ピペリジノクマリン  
 (6): 3-フェニル-7-ピロリジノクマリン  
 (7): 3-(4-アミノフェニル)-4-メチル-7-(4-N,N-ジメチルアミノ)クマリン

#### 一般式(A)



(B)



(但し、式中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ および $R_5$ は、前記と同義語である。)

本発明による電荷輸送層は、前述の一般式(I)で示される電荷輸送化合物と結着剤とを適当な溶剤に溶解せしめた溶液を塗布し、乾燥せしめることにより形成させることが好ましい。ここに用いる結着剤としては、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、ポリカーボネート、ポリウレタンをあるいはこれらの樹脂の繰り返し単位のうち

- (8): 3-(4-クロロフェニル)-4-メチル-7-(4-N-メチル-N-エチルアミノ)クマリン  
 (9): 3-(2,5-ジメトキシフェニル)-4-メチル-7-(4-N-メチル-N-エチルアミノ)クマリン  
 (10): 3-(3-ニトロフェニル)-4-メチル-7-(4-N,N-ジプロピルアミノ)クマリン  
 (11): 3-フェニル-4-メチル-7-モルホリノクマリン  
 (12): 3-(4-N-メチル-N-エチルアミノフェニル)-4-メチル-7-(4-N-メチル-N-エチルアミノ)クマリン  
 (13): 3-フェニル-7-(4-N,N-ジベンジルアミノ)クマリン  
 (14): 3-フェニル-7-(4-N,N-ジフェニルアミノ)クマリン  
 (15): 3-フェニル-7-(4-N,N-ジ-(P-クロロフェニル)アミノ)クマリン  
 (16): 3-フェニル-4-ベンジル-7-(4-N,N-ジエチルアミノ)クマリン  
 (17): 3,4-ジフェニル-7-(4-N,N-ジエチルアミノ)クマリン

これらの化合物は、アルカリ存在下で下記一般式(A)に示す化合物と(B)に示す化合物を塩化亜鉛の作用により縮合させることによつて容易に合成できる。

2つ以上を含む共重合体樹脂などを挙げることができ、特にポリエステル樹脂、ポリカーボネートが好ましいものである。

この結着剤と電荷輸送化合物との配合割合は、結着剤100重量部当り電荷輸送化合物を10~500重量とすることが好ましい。この電荷輸送層の厚さは、2~100ミクロン、好ましくは5~30ミクロンである。

本発明の電荷輸送層には、種々の添加剤を含有させることができる。かかる添加剤としては、ジフェニル、塩化ジフェニル、O-ターフェニル、P-ターフェニル、ジブチルフタレート、ジメチルグリコールフタレート、ジオクチルフタレート、トリフェニル磷酸、メチルナフタリン、ベンゾフェノン、塩素化パラフィン、ジラウリルチオプロピオネート、3,5-ジニトロサリチル酸、各種フルオロカーボン類などを挙げることができる。

また、本発明の電荷発生層を形成させる際に用いる溶剤としては、多数の有用な有機溶剤を

包含している。代表的なものとして、例えばベンゼン、ナフタリン、トルエン、キシレン、メシチレン、クロロベンゼンなどの芳香族炭化水素類、アセトン、2-ブタノンなどのケトン類、塩化メチレン、クロロホルム、塩化エチレンなどのハロゲン化脂肪族炭化水素類、テトラヒドロフラン、エチルエーテルなどの環状若しくは直鎖状のエーテル類などあるいはこれらの混合溶剤を挙げることができる。

本発明で用いる電荷発生層は、セレン、セレン-テルル、ビリウム、チオビリウム系染料、フタロシアニン系顔料、アントアントロン顔料、ジベンズビレンキノロン顔料、ピラントロン顔料、トリシアゾ顔料、ジシアゾ顔料、モノアゾ顔料、インジゴ顔料、キナクリドン系顔料、非対称キノシアニン、キノジアニンあるいは特開昭54-143645号公報に記載のアモルファスシリコンなどの電荷発生物質から選ばれた別個の蒸着層あるいは樹脂分散層を用いることができる。これらの電荷発生層は、例えば特開昭47-18544

号、同54-121739号、同54-121740号、同54-121741号、同54-121742号、同54-145142号、同55-17105号、同55-98754号、同55-105251号、各公報などに記載の方法によつて容易に調製できる。この電荷発生層の厚さは、0.005~20ミクロン、好ましくは0.05~10ミクロンである。また、電荷発生層は下述の導電性支持体に接して設けてもよく、あるいは前述の電荷輸送層の上に設けてもよい。

本発明の電子写真感光体は、導電性支持体上に中間層を設け、これを介して電荷発生層を形成し、その上に電荷輸送層を形成してもよい。この中間層は、積層構造からなる感光層の帯電時において導電性支持体から感光層への自由電荷の注入を阻止するとともに、感光層を導電性支持体に対して一体的に接離保持せしめる接着層としての作用を示す。この中間層は、酸化アルミニウム、酸化インジウム、酸化錫、酸化インジウム-酸化錫混合物、ポリエチレン、ポリプロピレン、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、

号、同47-30329号、同47-30330号、同47-30331号、同47-30332号、同48-30938号、同48-43942号、同48-70538号、同49-11136号、同50-23232号、同50-75214号、同51-95852号、同51-108847号、同51-109841号、同51-117637号、同51-125094号、同51-129234号、同52-4241号、同52-8832号、同52-60138号、同52-60139号、同52-60140号、同52-105828号、同52-109938号、同52-109939号、同53-42830号、同53-41230号、同53-95033号、同53-95966号、同53-111735号、同53-132347号、同53-132547号、同53-133229号、同53-133445号、同53-143231号、同54-17733号、同54-17734号、同54-17735号、同54-12742号、同54-20736号、同54-20737号、同54-21728号、同54-22834号、同54-35734号、同54-79632号、同54-119926号、同54-119927号、

塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、ポリカーボネート、ポリウレタン、ポリイミド樹脂、塩化ビニリデン樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体などを用いることができる。また、電荷発生層を電荷輸送層の上に設けた積層構造の場合には、上述の酸化金属層あるいはポリマー層を電荷発生層の保護層として形成させることもできる。

本発明の電子写真感光体に用いる導電性支持体としては、アルミニウム、バナジウム、モリブテン、クロム、カドミウム、チタン、ニッケル、銅、亜鉛、パラジウム、インジウム、銦、白金、金、ステンレス鋼、真ちゆうなどの金属シートあるいは金属を蒸着あるいはラミネートしたプラスチックシートなどを挙げることができる。

本発明によれば、従来の電荷輸送層を用いた積層構造型電子写真感光体に較べて、感度が著しく高感度となり、しかも繰り返し帯電および

露光を10,000回以上実施した時でも明部電位の増加と暗部電位の低下を起すことがない。

以下、本発明を実施例に従つて説明する。

#### 実施例1

東洋インキ製造株式製の $\beta$ 型銅フタロシアニン(商品名:Lionol Blue NCB Toner)を水、エタノールおよびベンゼン中で順次環流後、伊過して精製した顔料7g;デュボン社製の「商品名:ポリエステルアドヒーズ49,000(固形分20%)」14g;トルエン35g;ジオキサソ35gを混合し、ボールミルで6時間分散することによつて塗工液を調製した。この塗工液をアルミニウムシート上に乾燥膜厚が0.5ミクロンとなる様にマイヤーバーで塗布して電荷発生層を作成した。

次に、電荷輸送化合物として前記例示化合物(2):〔3-フェニル-7-(4-N,N-ジエチルアミノ)クマリン〕7gとポリカーボネート樹脂(帝人化成株式製の商品名「バンライトK-1300」)7gとをテトラヒドロフラン35gと

クロロベンゼン35gの混合溶媒中に攪拌溶解させて得た溶液を先の電荷発生層の上に、乾燥膜厚が1ミクロンとなる様に塗工して、2層構造からなる感光層をもつ電子写真感光体を作成した。これを試料1とした。

この試料1を電子写真複写機(キヤノン株式製のCanon Np5500を改造して用いた)のシリンダーに貼り付けて感度および耐久試験の測定を行なつた。この電子複写機は、シリンダーの周囲に負極性コロナ帯電器、露光光学系、現像器、転写帯電器、除電露光光学系およびクリーナーを順次配備しており、シリンダーの駆動に伴ない転写紙上に画像が得られる構成になつてゐる。この複写機に貼り付けた試料は、帯電器および露光量の調整により暗部電位-500V、明部電位-10Vとなる様にした。

感度は、帯電電位を5秒間暗減衰させた時の電位 $V_s$ (ボルト)を1/2に減衰させるに必要な露光量 $E_{1/2}$ (ルクス・秒)を測定することによつて評価した。耐久試験は、画像形成を1回、

5,000回、10,000回および25,000回行なつた時のそれぞれの明部電位 $V_L$ (ボルト)と暗部電位 $V_D$ (ボルト)を測定することによつて評価した。この結果を第1表に示す。

第1表

試料	$E_{1/2}$	耐久試験							
		1回		5,000回		10,000回		25,000回	
		$V_D$	$V_L$	$V_D$	$V_L$	$V_D$	$V_L$	$V_D$	$V_L$
1	8.5	-500	-10	-480	-5	-470	-15	-470	-10

#### 実施例2~11

この各実施例においては、前記実施例1で用いた電荷輸送化合物として例示化合物(2)の代りに例示化合物(3)、(4)、(5)、(6)、(7)、(8)、(9)、(10)、(11)、および(12)を用いた場合は、実施例1と同様の方法によつて電子写真感光体を作成した。これらをそれぞれ試料2~試料11とした。

各試料を実施例1と同様の方法によつて感度および耐久試験の測定を行なつた。これらの結果を第2表に示す。

第2表

試料	電荷輸送化合物	$E_{1/2}$	耐久試験															
			1回		5,000回		10,000回		25,000回		10,000回		25,000回		10,000回		25,000回	
			$V_D$	$V_L$	$V_D$	$V_L$	$V_D$	$V_L$	$V_D$	$V_L$	$V_D$	$V_L$	$V_D$	$V_L$	$V_D$	$V_L$	$V_D$	$V_L$
2	前記例示化合物(3)	8.3	-550	-20	-500	-15	-510	-20	-520	-25	-510	-20	-520	-25	-510	-20	-520	-25
3	"	9.3	-560	-20	-550	-20	-530	-20	-550	-20	-530	-20	-550	-20	-530	-20	-550	-20
4	"	9.4	-530	-15	-530	-20	-520	-20	-500	-20	-500	-20	-490	-20	-500	-20	-480	-20
5	"	8.9	-520	-20	-520	-25	-500	-25	-500	-20	-450	-20	-440	-20	-450	-20	-440	-20
6	"	8.8	-460	-5	-450	-10	-450	-10	-450	-10	-450	-10	-450	-10	-450	-10	-450	-10
7	"	8.5	-540	-10	-540	-15	-520	-15	-520	-15	-480	-15	-470	-15	-480	-15	-470	-15
8	"	7.6	-500	-10	-490	-15	-490	-15	-490	-15	-490	-15	-490	-15	-490	-15	-490	-15
9	"	8.4	-550	-20	-550	-20	-520	-20	-520	-20	-520	-20	-500	-25	-500	-25	-480	-25
10	"	9.0	-490	-10	-490	-15	-460	-15	-460	-15	-460	-15	-460	-15	-460	-15	-460	-15
11	"	8.5	-430	-5	-430	-10	-420	-10	-420	-10	-420	-10	-420	-10	-420	-10	-420	-10

## 比較例 1 ~ 5

前記実施例 1 で用いた電荷輸送化合物として例示化合物(1)の代りに第 3 表に示す化合物をそれぞれ用いた場合は、同様の方法によつて電子写真感光材料を作成した。これらをそれぞれ比較試料 1 ~ 比較試料 5 とした。

第 3 表

比較試料	比較用の電荷輸送化合物
1	1,1-ビス(4-N,N-ジベンジルアミノ-2-メチルフェニル)プロパン
2	2,5-ビス(4-N,N-ジエチルアミノフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール
3	ポリ-N-ビニルカルバゾール
4	1,1-ビス(4-N,N-ジエチルアミノ-2-メチルフェニル)ヘプタン
5	1-フェニル-3-(4-N,N-ジエチルアミノステリル)-5-(4-N,N-ジエチルアミノフェニル)ピラゾリン

各比較試料を実施例と同様の方法によつて感度および耐久試験の測定を行なつた。これらの

結果を第 4 表に示す。

第 4 表

比較試料	E <sub>1/2</sub>	耐久試験							
		1 回		5,000 回		10,000 回		25,000 回	
		V <sub>D</sub>	V <sub>L</sub>	V <sub>D</sub>	V <sub>L</sub>	V <sub>D</sub>	V <sub>L</sub>	V <sub>D</sub>	V <sub>L</sub>
1	280	-650	-150	-600	-200	-510	-200	-500	-250
2	125	-420	-100	-420	-150	-420	-200	-380	-200
3	15.8	-720	-180	-750	-200	-750	-200	-450	-100
4	35.5	-670	-200	-550	-200	-500	-260	-450	-280
5	9.5	-450	-10	-400	-60	-400	-70	-370	-90

第 1 表、第 2 表および第 4 表から判るとおり、本発明による電子写真感光体(試料 1 ~ 試料 11)は、比較試料 1 ~ 比較試料 5 に比べ感度が極めて高く、しかも繰り返し帯電および露光を行なつても明部電位の増加と暗部電位の低下をほとんど伴わない。

## 実施例 12

完全にシールドされたクリーンルーム中に設置された第 1 図に示す装置を用い、以下の如き操作によつて電荷発生層を作製した。

表面が清浄にされた 0.2 mm 厚 5 cm φ のモリブデン板(基板) 301 を、グロー放電蒸着槽 309 内の所定位置にある固定部材 302 に堅固に固定した。基板 301 は、固定部材 302 内の加熱ヒーター 303 によつて ± 0.5 °C の精度で加温された。温度は、熱電対(アルメル-クロメル)によつて基板裏面を直接測定されるようになされた。次いで系内の全バルブが閉じられていることを確認してからメインバルブ 304 を全開して、槽 309 内が排気され、約  $5 \times 10^{-6}$  torr の真空度にした。その後ヒーター 303 の入力電圧を上昇させ、モリブデン<sub>基</sub>板温度を検知しながら入力電圧を変化させ、150 °C の一定値になるまで安定させた。

その後、補助バルブ 305、ついで流出バルブ 306, 307, 308 を全開し、フローメーター 310, 311, 312 内も十分脱気真空状態にされた。バル

ブ 306, 307, 308, 310, 311, 312 を閉じた後、シランガス(純度 99.999%) ボンベ 313 のバルブ 314 を開け、出口圧ゲージ 315 の圧を 1 kg/cm<sup>2</sup> に調整し、流入バルブ 316 を徐々に開けてフローメーター 310 内へシランガスを流入させた。引きつづいて、流出バルブ 306 を徐々に開け、ついで補助バルブ 305 を徐々に開け、ピラニーゲージ 317 の読みを注視しながら補助バルブ 305 の開口を調整し、槽内圧が  $1 \times 10^{-2}$  torr になるまで補助バルブ 305 を開けた。槽内圧が安定してから、メインバルブ 304 を徐々に閉じピラニーゲージ 317 の指示が 0.5 torr になるまで開口を絞つた。内圧が安定するのを確認してから、高周波電源 318 のスイッチを on 状態にして、誘導コイル 319 に、5 MHz の高周波電力を投入し、槽内、309 のコイル内部(槽上部)にグロー放電を発生させ、30W の入力電力とした。上条件で基板上にアモルファスシリコン層膜を生長させ、1 時間同条件を保つた後、その後、高周波電源 318 を off 状態とし、グロー放電を中止させた状態

で、ジボランガス（純度 99.999%）ポンペ 320 のバルブを開き、出口圧ゲージ 321 の圧を 1kg/cm<sup>2</sup> に調整し、流入バルブ 322 を徐々に開けフローメーター 311 にジボランガスを流入させた後、流出バルブ 307 を徐々に開け、フローメーター 311 の読みが、シランガスの流量の 0.08% になる様に流出バルブ 307 の開口を定め、安定化させた。

引き続き、再び高周波電源 318 を on 状態にして、グロー放電を再開させた。こうしてグロー放電を更に 1 時間持続させた後、加熱ヒーター 303 を off 状態にし、高周波電源 318 も off 状態とし、基板温度が 100℃ になるのを待つてから流出バルブ 306, 307 を閉じメインバルブ 323 を全開にして、槽内を 10<sup>-5</sup> torr 以下にした後、メインバルブ 304 を閉じ槽 309 内をリークバルブ 323 によつて大気圧として基板を取り出した。この場合、基板上に形成されたアモルファスシリコン系層の全厚は約 3μ であつた。

次いで、このアモルファスシリコン系層の上に前記実施例 1 の試料 1 で用いた電荷輸送層と

同様のものを形成させた。これを試料 12 とした。この試料について実施例 1 で用いた方法と同様の方法によつて感度および耐久試験の測定を行なつた。この結果を第 5 表に示す。

第 5 表

試料	E <sub>1/2</sub>	耐 久 試 験							
		1 回		5,000回		10,000回		25,000回	
		V <sub>D</sub>	V <sub>L</sub>	V <sub>D</sub>	V <sub>L</sub>	V <sub>D</sub>	V <sub>L</sub>	V <sub>D</sub>	V <sub>L</sub>
12	8.0	-400	0	-390	-5	-390	-5	-390	-20

## 実施例 13

精製したクロルジアンブルー（C.I.21180）5g と、ポリビニルフチラル樹脂（積水化学工業株式会社：エスレックス BM-2）2g をエタノール 50g に溶解分散させ、次いでボールミルで 30 時間破砕混合した。この分散液をアルミニウム基板上に、乾燥膜厚が 0.2 ミクロンとなる様に塗工して電荷発生層を作成した。

次いで、この電荷発生層の上に前記実施例 1 の試料 1 で用いた電荷輸送層と同様のものを形成させて電子写真感光体を作成した。これを試料 13 とした。

この試料 13 の感度および耐久試験を実施例 1 と同様の方法によつて測定した。この結果を第 6 表に示す。

## 比較例 6

前記実施例 13 で用いた電荷輸送化合物として例示化合物 (2) の代りに 2,5-ビス（4-N,N-ジエチルアミノフェニル）-1,3,4-オキサジアゾールを用いたほかは、同様の方法によつて比較用の電子写真感光体を作成した。これを比較試料 6 とした。この試料の感度と耐久試験の測定を実施例 1 と同様の方法によつて行つた。この結果を第 6 表に示す。

第 6 表

試料	E <sub>1/2</sub>	耐 久 試 験							
		1 回		5,000回		10,000回		25,000回	
		V <sub>D</sub>	V <sub>L</sub>	V <sub>D</sub>	V <sub>L</sub>	V <sub>D</sub>	V <sub>L</sub>	V <sub>D</sub>	V <sub>L</sub>
13	11.0	-520	-5	-520	-5	-500	-20	-420	-25
比較試料 6	15.0	-410	-80	-410	-100	-390	-120	-360	-150

前記実施例 1 ~ 13 から判るとおり、本発明の電子写真感光体は、高感度でしかも改善された耐久特性をもつことは明らかである。

本発明は、特許請求の範囲に記載した特徴を有するものであるが、その実施態様を例示すると次のとおりである。

- (2) 前記電荷発生層がアモルファスシリコン系層である特許請求の範囲第 1 項記載の電子写真感光体。
- (3) 前記電荷発生層が β 型銅フタロシアニンを含む特許請求の範囲第 1 項記載の電子写真感光体。
- (4) 前記電荷発生層がビスアゾ顔料を含む特許請求の範囲第 1 項記載の電子写真感光体。
- (5) 前記ビスアゾ顔料が 3,3'-ジクロロ-4,4'-ジフェニル・ビス（1'-アゾ-2'-ヒドロキシ-3'-ナフタニリド）である前記第 4 項記載の電子写真感光体。
- (6) 前記電荷輸送層が 3-フェニル-7-（4-N,N-ジメチルアミノ）ナフタリン、3-フェ



ニル-7-(4-N,N-ジエチルアミド)クマリン、3-フェニル-7-(4-N,N-ジブチルアミノ)クマリン、3-フェニル-7-モルホリノクマリン、3-フェニル-7-ビロリジノクマリン、3-(4-アミノフェニル)-4-メチル-7-(4-N,N-ジメチルアミノ)クマリン、3-(4-クロロフェニル)-4-メチル-7-(4-N-メチル-N-エチルアミノ)クマリン、3-(2,5-ジメトキシフェニル)-4-メチル-7-(4-N-メチル-N-エチルアミノ)クマリン、3-(3-ニトロフェニル)-4-メチル-7-(4-N,N-ジプロピルアミノ)クマリン、3-フェニル-4-メチル-7-モルホリノクマリン、3-(4-N-メチル-N-エチルアミノフェニル)-4-メチル-7-(4-N-メチル-N-エチルアミノ)クマリン、3-フェニル-7-(4-N,N-ジベンジルアミノ)クマリン、3-フェニル-7-(4-N,N-ジフェニルアミノ)クマリ

ン、3-フェニル-7-(4-N,N-ジ-(p-クロロフェニル)アミノ)クマリン、3-フェニル-4-ベンジル-7-(4-N,N-ジエチルアミノ)クマリンおよび3,4-ジフェニル-7-(4-N,N-ジエチルアミノ)クマリンからなる化合物群より少なくとも1種選択したクマリン化合物を含有する特許請求の範囲第1項記載の電子写真感光体。

#### 4. 図面の簡単な説明

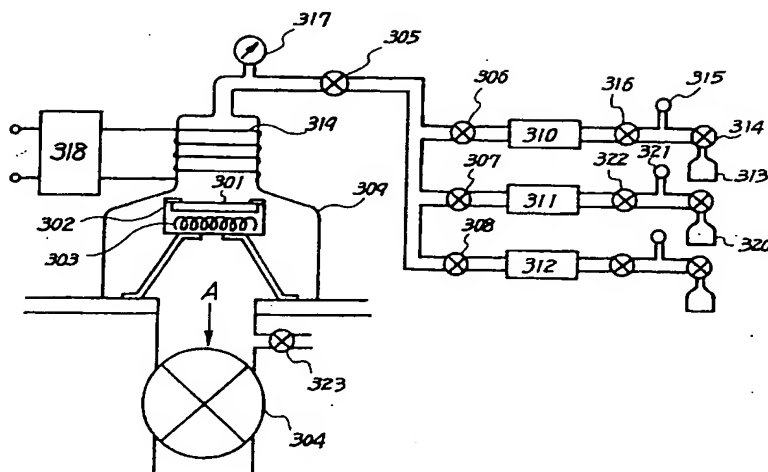
第1図は、実施例12で用いた電荷発生層を形成させるための装置を示す模式的説明図である。

特許出願人 キヤノン株式会社

コピア株式会社

代理人 弁理士 丸島 儀一

## 第1図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ ~~FADED~~ TEXT OR DRAWING
- ☒ ~~BLURRED~~ OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ ~~LINES~~ OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**